

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-127242  
 (43)Date of publication of application : 06.07.1985

(51)Int.Cl.

C01G 49/00  
 B41M 5/26  
 G01J 1/04  
 G01J 5/02  
 G01N 27/12  
 G02B 6/12  
 G02F 1/01  
 G03C 1/72  
 H01B 3/12  
 H01F 1/11  
 H01F 10/20

(21)Application number : 58-233141

(71)Applicant : RES DEV CORP OF JAPAN  
 MASUMOTO TAKESHI  
 SUZUKI KENJI  
 MASUDA SHUJI  
 OOTA YUKIHIRO  
 WATAI HISAO

(22)Date of filing : 09.12.1983

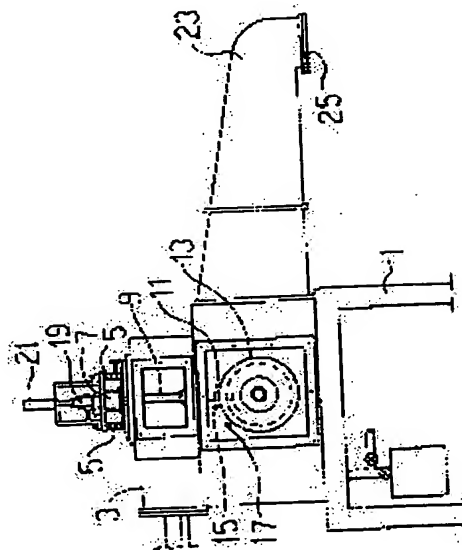
(72)Inventor : MASUMOTO TAKESHI  
 SUZUKI KENJI  
 MASUDA SHUJI  
 OOTA YUKIHIRO  
 OOKUBO YOSHITAKA  
 WATAI HISAO

## (54) IRON-LEAD AMORPHOUS COMPOUND MATERIAL AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain an iron-lead amorphous compound material composed of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{PbO}$  at a specific ratio and having excellent magnetic property, by heating and melting a mixture of iron oxide and lead oxide in an inert atmosphere or in vacuum, and quenching the molten mixture at an extremely high rate of quenching.

**CONSTITUTION:** A mixture composed of iron oxide and lead oxide at a specific ratio is put into a tube 7, and melted by heating in an inert atmosphere or in vacuum at a temperature higher than the melting point of said mixture by  $50\text{W}200^\circ\text{C}$  with a dielectric heating coil 5. The molten mixture is ejected by the pressure of an inert gas through a nozzle 11 having a slit, circular or elliptical opening toward the surface of the quenching roll 13 rotating at a circumferential speed of  $5\text{W}35\text{m/sec}$  in an inert atmosphere or in vacuum, and is quenched at an extremely high rate of quenching (i.e.  $104\text{W}106^\circ\text{C/sec}$ ) by contacting with the surface of the roll 13. An iron-lead amorphous compound material having a composition of  $(\text{Fe}_3\text{O}_4)_{1-x}(\text{PbO})_x$  ( $0.25 \leq x \leq 0.75$ ) can be prepared by this process.





来るが、好ましくはノズル自体を加工してあるのが良い。

原料混合物の加熱方法は、特に制限されないが、通常原料体を有する型、加熱炉内等または電光加熱炉で行う。原料組成の温度は、その組成より50〜200℃好ましくは80〜150℃程度高い温度とするのが良い。この温度域にあまり近づくと、最終をロール面上に吹き出している際にノズル附近で冷却固化する恐れがあり、逆にあまりにも高くなりすぎると、ロール面上での冷却が困難となる懸念がある。

ロール面上に最終を吹き出すために使用する加圧用ガスとしては、最終原料を所定の組成状態に維持するために不活性ガスが好ましく、たとえばアルゴン、窒素、ヘリウム等が良い。ガス圧は、ノズル口の大さきにもよるが、通常0.1〜2.0 kg/cm<sup>2</sup> 好ましくは0.5〜1.0 kg/cm<sup>2</sup> 程度である。また原料組成を吹き出す際のノズル口とロール面の距離は、0.01〜1.0 m程度が良く、より好ましくは0.05〜0.5 m程度である。

- 12 -

して減圧下乃至減圧空下、又は不活性ガス雰囲気中で本原料混合物の製造を行なう。

原料混合物をチューブ内で加熱凝固せしめるに際しては、原料混合物をすべて完全に凝固させることが必要である。しかし、原料混合物が完全に凝固化する前に、一部凝固化したものが、ノズル先端から吹き出してしまう恐れがあるため、ノズル先端を原料内に冷却して凝固の発生を防止することが好ましい。ノズルを局部的に冷却する代数的手段は、ノズル先端に冷却用ガスを吹きつける手段であり、ガスとしてはアルゴン、ヘリウム、窒素等の不活性ガスが良い。

本発明に係る新なる非晶質化合物材料は、通常50〜100 m程度の厚さであり、非常に薄い材料である。このためロール間で冷却され、固化された後、できる限り材料に応力が加えられない状態にすることが好ましい。応力付加となる原因の一つに大気中でのロール間壁により発生する風切り現象からくるロール間壁長壁の大きな歪みがある。この歪みを防止するとともに最終冷却

- 14 -

ある材料で作られ、たとえば白金-ロウウム、イリジウム、酸化ケイ素、酸化ボロン等で作られたものが好ましい。同、原料組成とほぼ等しい組成の部分を有するセラミックス、ガラス、金属等でも良い。ノズル口の形状は、目的製品に応じて適宜に変えられ、たとえば細い細状材料の場合は円形、中程度の場合はスリット状の形状のものを使用する。ノズル口の形状は、通常円形その他の形状であっても良い。チューブ(7)内に収納された原料混合物は、次いでその組成域上の温度に加熱され、凝固とされる後、ノズル(11)の口部から減圧雰囲気中へ吹き出される。

(13)の面上に一定ガス圧の不活性ガスにて吹出され、ロール面上で冷却せしめられる。ノズル口とロール面における原料組成の吹き出し角度は、目的化合物の粘度が3 mPa以下の場合にはロール面に対して垂直で良く、またその粘度が3 mPa以上の場合はロール面に対して0°〜45°である。これ等の吹き出し角度調整機構は、凝固炉内に所定の角度を設定可能な機構として組み込むことも出来る。

- 11 -

ある。0.01 mPaより小さな場合、バドル厚が非常に少なくなり、均一な材料が得られず、1.0 mPaより大きい場合、バドル厚が薄くなり、また原料組成の界面張力により形成されるバドル厚さ以上の場合には、バドルが形成されなくなる傾向が生ずる場合がある。

ロールの材質は、熱伝導性の良い鋼及びその合金、硬質クロムメッキ鋼を有する上記材料、さらには鋼、ステンレスチール等である。ロールの周速度を5 m/sec〜35 m/sec、好ましくは10 m/sec〜20 m/secとし、原料組成を冷却することにより目的とする非晶質化合物材料が得られる。この際ロール周速度が5 m/sec以下の場合には、非晶質化しにくい傾向が生じるので、あまり好ましくない。ロール周速度が35 m/secより大きくなると、得られる目的化合物の形状が非常に円滑化し、すべて鋼片状もしくは薄板状となるが、材料組成的にはやはり本発明の非晶質化合物材料である。

最終原料を目標ロール面上へ吹き出す雰囲気と

- 13 -

酸との混合組成はこれに更に酸化コバルト、酸化ニッケル、酸化マンガン、酸化亜鉛及び酸化バリウムを少量含む1個を有する組成である。酸の組成成分としては、加酸により分解して原料を生成し得る炭酸塩等を使用しても良い。これ等組成物の組成割合は、(Fe, O)<sub>2</sub> = (Pb, O)<sub>2</sub> = (Bi, O)<sub>2</sub> = 0.25 ± 0.05 となる組成又は (Fe, O)<sub>2</sub> = (Pb, O)<sub>2</sub> = (Bi, O)<sub>2</sub> = 0.25 ± 0.05 となる組成である。

また、Zn及びBaの組成物の少なくとも1個を有し、0.30 ± 0.05 となる組成である。上記組成は0.50である。この組成は、原料組成中での原料組成物を不活性雰囲気中又は真空中で加熱し、これを不活性雰囲気中で又は真空中で冷却する。加熱温度は、これ等原料組成物が十分に溶解する温度以上で行なえば良く、好ましくは原料組成物より50〜200℃程度高い温度域に加熱する。加熱時の雰囲気は、不活性雰囲気又は真空中であり、通常はN<sub>2</sub>又はAr雰囲気とする。

- 8 -

(11)の原料組成(19)、エアリジウム(21)、冷却された原料の受け皿(23)、冷却原料出口(25)等を主要構成部としている。冷却用ロール(13)の内部に冷却用ファンを備え、冷却用ファンを駆動し、冷却用ファンが原料を冷却することにより、原料の不活性ガス吹き出し口を設けることにより、原料の不活性ガスを吹き出すことが出来る。第2段は、支持体(9)の下部を示す。第2段において、支持体(9)は、バドル(27)を備えた冷却用入管(29)、冷却用出管(31)、ニードルバルブ(33)を備えたプロセッサ(35)、ロール(13)の両端とノズル(11)との間を原料組成(37)及び原料組成を均一に吹き出すための原料組成(39)を備えている。

第1段及び第2段に示す原料組成(3)を使用して本発明方法を製造する場合、まず所定組成の原料組成物を原料組成出し用ノズル(11)を有するチューブ(7)内に収納する。このチューブ(7)は、原料組成物を原料組成状態で充分耐久性の

- 10 -

一、原料等として有用である。

本発明は、更に (Fe, O)<sub>2</sub> = (Pb, O)<sub>2</sub> = (Bi, O)<sub>2</sub> = (M)<sub>2</sub> = (Bi, O)<sub>2</sub> = 0.25 ± 0.05 となる組成である。この組成は、原料組成中での原料組成物を不活性雰囲気中又は真空中で加熱し、これを不活性雰囲気中で又は真空中で冷却する。加熱温度は、これ等原料組成物が十分に溶解する温度以上で行なえば良く、好ましくは原料組成物より50〜200℃程度高い温度域に加熱する。加熱時の雰囲気は、不活性雰囲気又は真空中であり、通常はN<sub>2</sub>又はAr雰囲気とする。

本発明において、原料組成物の組成は、原料組成と異なる。原料組成は、原料組成中での原料組成物を不活性雰囲気中又は真空中で加熱し、これを不活性雰囲気中で又は真空中で冷却する。加熱温度は、これ等原料組成物が十分に溶解する温度以上で行なえば良く、好ましくは原料組成物より50〜200℃程度高い温度域に加熱する。加熱時の雰囲気は、不活性雰囲気又は真空中であり、通常はN<sub>2</sub>又はAr雰囲気とする。

本発明において使用する原料は、原料組成と異なる。

- 7 -

が良い。及び原料組成物の組成を調整する。原料組成は、原料組成中での原料組成物を不活性雰囲気中又は真空中で加熱し、これを不活性雰囲気中で又は真空中で冷却する。加熱温度は、これ等原料組成物が十分に溶解する温度以上で行なえば良く、好ましくは原料組成物より50〜200℃程度高い温度域に加熱する。加熱時の雰囲気は、不活性雰囲気又は真空中であり、通常はN<sub>2</sub>又はAr雰囲気とする。

以下図面を参照しつつ本発明方法の装置に關し使用される原料組成物の原料組成の一例を示す。

第1段は、原料組成(1)上に設置された原料組成(3)の正副を示す。原料組成は、原料組成(5)、(6)、(7)の原料組成(9)、(10)、(11)の原料組成(13)、(14)の原料組成(15)、(16)の原料組成(17)、(18)の原料組成(19)の原料組成(21)の原料組成(23)の原料組成(25)の原料組成(27)の原料組成(29)の原料組成(31)の原料組成(33)の原料組成(35)の原料組成(37)の原料組成(39)の原料組成(41)の原料組成(43)の原料組成(45)の原料組成(47)の原料組成(49)の原料組成(51)の原料組成(53)の原料組成(55)の原料組成(57)の原料組成(59)の原料組成(61)の原料組成(63)の原料組成(65)の原料組成(67)の原料組成(69)の原料組成(71)の原料組成(73)の原料組成(75)の原料組成(77)の原料組成(79)の原料組成(81)の原料組成(83)の原料組成(85)の原料組成(87)の原料組成(89)の原料組成(91)の原料組成(93)の原料組成(95)の原料組成(97)の原料組成(99)の原料組成(101)の原料組成(103)の原料組成(105)の原料組成(107)の原料組成(109)の原料組成(111)の原料組成(113)の原料組成(115)の原料組成(117)の原料組成(119)の原料組成(121)の原料組成(123)の原料組成(125)の原料組成(127)の原料組成(129)の原料組成(131)の原料組成(133)の原料組成(135)の原料組成(137)の原料組成(139)の原料組成(141)の原料組成(143)の原料組成(145)の原料組成(147)の原料組成(149)の原料組成(151)の原料組成(153)の原料組成(155)の原料組成(157)の原料組成(159)の原料組成(161)の原料組成(163)の原料組成(165)の原料組成(167)の原料組成(169)の原料組成(171)の原料組成(173)の原料組成(175)の原料組成(177)の原料組成(179)の原料組成(181)の原料組成(183)の原料組成(185)の原料組成(187)の原料組成(189)の原料組成(191)の原料組成(193)の原料組成(195)の原料組成(197)の原料組成(199)の原料組成(201)の原料組成(203)の原料組成(205)の原料組成(207)の原料組成(209)の原料組成(211)の原料組成(213)の原料組成(215)の原料組成(217)の原料組成(219)の原料組成(221)の原料組成(223)の原料組成(225)の原料組成(227)の原料組成(229)の原料組成(231)の原料組成(233)の原料組成(235)の原料組成(237)の原料組成(239)の原料組成(241)の原料組成(243)の原料組成(245)の原料組成(247)の原料組成(249)の原料組成(251)の原料組成(253)の原料組成(255)の原料組成(257)の原料組成(259)の原料組成(261)の原料組成(263)の原料組成(265)の原料組成(267)の原料組成(269)の原料組成(271)の原料組成(273)の原料組成(275)の原料組成(277)の原料組成(279)の原料組成(281)の原料組成(283)の原料組成(285)の原料組成(287)の原料組成(289)の原料組成(291)の原料組成(293)の原料組成(295)の原料組成(297)の原料組成(299)の原料組成(301)の原料組成(303)の原料組成(305)の原料組成(307)の原料組成(309)の原料組成(311)の原料組成(313)の原料組成(315)の原料組成(317)の原料組成(319)の原料組成(321)の原料組成(323)の原料組成(325)の原料組成(327)の原料組成(329)の原料組成(331)の原料組成(333)の原料組成(335)の原料組成(337)の原料組成(339)の原料組成(341)の原料組成(343)の原料組成(345)の原料組成(347)の原料組成(349)の原料組成(351)の原料組成(353)の原料組成(355)の原料組成(357)の原料組成(359)の原料組成(361)の原料組成(363)の原料組成(365)の原料組成(367)の原料組成(369)の原料組成(371)の原料組成(373)の原料組成(375)の原料組成(377)の原料組成(379)の原料組成(381)の原料組成(383)の原料組成(385)の原料組成(387)の原料組成(389)の原料組成(391)の原料組成(393)の原料組成(395)の原料組成(397)の原料組成(399)の原料組成(401)の原料組成(403)の原料組成(405)の原料組成(407)の原料組成(409)の原料組成(411)の原料組成(413)の原料組成(415)の原料組成(417)の原料組成(419)の原料組成(421)の原料組成(423)の原料組成(425)の原料組成(427)の原料組成(429)の原料組成(431)の原料組成(433)の原料組成(435)の原料組成(437)の原料組成(439)の原料組成(441)の原料組成(443)の原料組成(445)の原料組成(447)の原料組成(449)の原料組成(451)の原料組成(453)の原料組成(455)の原料組成(457)の原料組成(459)の原料組成(461)の原料組成(463)の原料組成(465)の原料組成(467)の原料組成(469)の原料組成(471)の原料組成(473)の原料組成(475)の原料組成(477)の原料組成(479)の原料組成(481)の原料組成(483)の原料組成(485)の原料組成(487)の原料組成(489)の原料組成(491)の原料組成(493)の原料組成(495)の原料組成(497)の原料組成(499)の原料組成(501)の原料組成(503)の原料組成(505)の原料組成(507)の原料組成(509)の原料組成(511)の原料組成(513)の原料組成(515)の原料組成(517)の原料組成(519)の原料組成(521)の原料組成(523)の原料組成(525)の原料組成(527)の原料組成(529)の原料組成(531)の原料組成(533)の原料組成(535)の原料組成(537)の原料組成(539)の原料組成(541)の原料組成(543)の原料組成(545)の原料組成(547)の原料組成(549)の原料組成(551)の原料組成(553)の原料組成(555)の原料組成(557)の原料組成(559)の原料組成(561)の原料組成(563)の原料組成(565)の原料組成(567)の原料組成(569)の原料組成(571)の原料組成(573)の原料組成(575)の原料組成(577)の原料組成(579)の原料組成(581)の原料組成(583)の原料組成(585)の原料組成(587)の原料組成(589)の原料組成(591)の原料組成(593)の原料組成(595)の原料組成(597)の原料組成(599)の原料組成(601)の原料組成(603)の原料組成(605)の原料組成(607)の原料組成(609)の原料組成(611)の原料組成(613)の原料組成(615)の原料組成(617)の原料組成(619)の原料組成(621)の原料組成(623)の原料組成(625)の原料組成(627)の原料組成(629)の原料組成(631)の原料組成(633)の原料組成(635)の原料組成(637)の原料組成(639)の原料組成(641)の原料組成(643)の原料組成(645)の原料組成(647)の原料組成(649)の原料組成(651)の原料組成(653)の原料組成(655)の原料組成(657)の原料組成(659)の原料組成(661)の原料組成(663)の原料組成(665)の原料組成(667)の原料組成(669)の原料組成(671)の原料組成(673)の原料組成(675)の原料組成(677)の原料組成(679)の原料組成(681)の原料組成(683)の原料組成(685)の原料組成(687)の原料組成(689)の原料組成(691)の原料組成(693)の原料組成(695)の原料組成(697)の原料組成(699)の原料組成(701)の原料組成(703)の原料組成(705)の原料組成(707)の原料組成(709)の原料組成(711)の原料組成(713)の原料組成(715)の原料組成(717)の原料組成(719)の原料組成(721)の原料組成(723)の原料組成(725)の原料組成(727)の原料組成(729)の原料組成(731)の原料組成(733)の原料組成(735)の原料組成(737)の原料組成(739)の原料組成(741)の原料組成(743)の原料組成(745)の原料組成(747)の原料組成(749)の原料組成(751)の原料組成(753)の原料組成(755)の原料組成(757)の原料組成(759)の原料組成(761)の原料組成(763)の原料組成(765)の原料組成(767)の原料組成(769)の原料組成(771)の原料組成(773)の原料組成(775)の原料組成(777)の原料組成(779)の原料組成(781)の原料組成(783)の原料組成(785)の原料組成(787)の原料組成(789)の原料組成(791)の原料組成(793)の原料組成(795)の原料組成(797)の原料組成(799)の原料組成(801)の原料組成(803)の原料組成(805)の原料組成(807)の原料組成(809)の原料組成(811)の原料組成(813)の原料組成(815)の原料組成(817)の原料組成(819)の原料組成(821)の原料組成(823)の原料組成(825)の原料組成(827)の原料組成(829)の原料組成(831)の原料組成(833)の原料組成(835)の原料組成(837)の原料組成(839)の原料組成(841)の原料組成(843)の原料組成(845)の原料組成(847)の原料組成(849)の原料組成(851)の原料組成(853)の原料組成(855)の原料組成(857)の原料組成(859)の原料組成(861)の原料組成(863)の原料組成(865)の原料組成(867)の原料組成(869)の原料組成(871)の原料組成(873)の原料組成(875)の原料組成(877)の原料組成(879)の原料組成(881)の原料組成(883)の原料組成(885)の原料組成(887)の原料組成(889)の原料組成(891)の原料組成(893)の原料組成(895)の原料組成(897)の原料組成(899)の原料組成(901)の原料組成(903)の原料組成(905)の原料組成(907)の原料組成(909)の原料組成(911)の原料組成(913)の原料組成(915)の原料組成(917)の原料組成(919)の原料組成(921)の原料組成(923)の原料組成(925)の原料組成(927)の原料組成(929)の原料組成(931)の原料組成(933)の原料組成(935)の原料組成(937)の原料組成(939)の原料組成(941)の原料組成(943)の原料組成(945)の原料組成(947)の原料組成(949)の原料組成(951)の原料組成(953)の原料組成(955)の原料組成(957)の原料組成(959)の原料組成(961)の原料組成(963)の原料組成(965)の原料組成(967)の原料組成(969)の原料組成(971)の原料組成(973)の原料組成(975)の原料組成(977)の原料組成(979)の原料組成(981)の原料組成(983)の原料組成(985)の原料組成(987)の原料組成(989)の原料組成(991)の原料組成(993)の原料組成(995)の原料組成(997)の原料組成(999)の原料組成(1001)の原料組成(1003)の原料組成(1005)の原料組成(1007)の原料組成(1009)の原料組成(1011)の原料組成(1013)の原料組成(1015)の原料組成(1017)の原料組成(1019)の原料組成(1021)の原料組成(1023)の原料組成(1025)の原料組成(1027)の原料組成(1029)の原料組成(1031)の原料組成(1033)の原料組成(1035)の原料組成(1037)の原料組成(1039)の原料組成(1041)の原料組成(1043)の原料組成(1045)の原料組成(1047)の原料組成(1049)の原料組成(1051)の原料組成(1053)の原料組成(1055)の原料組成(1057)の原料組成(1059)の原料組成(1061)の原料組成(1063)の原料組成(1065)の原料組成(1067)の原料組成(1069)の原料組成(1071)の原料組成(1073)の原料組成(1075)の原料組成(1077)の原料組成(1079)の原料組成(1081)の原料組成(1083)の原料組成(1085)の原料組成(1087)の原料組成(1089)の原料組成(1091)の原料組成(1093)の原料組成(1095)の原料組成(1097)の原料組成(1099)の原料組成(1101)の原料組成(1103)の原料組成(1105)の原料組成(1107)の原料組成(1109)の原料組成(1111)の原料組成(1113)の原料組成(1115)の原料組成(1117)の原料組成(1119)の原料組成(1121)の原料組成(1123)の原料組成(1125)の原料組成(1127)の原料組成(1129)の原料組成(1131)の原料組成(1133)の原料組成(1135)の原料組成(1137)の原料組成(1139)の原料組成(1141)の原料組成(1143)の原料組成(1145)の原料組成(1147)の原料組成(1149)の原料組成(1151)の原料組成(1153)の原料組成(1155)の原料組成(1157)の原料組成(1159)の原料組成(1161)の原料組成(1163)の原料組成(1165)の原料組成(1167)の原料組成(1169)の原料組成(1171)の原料組成(1173)の原料組成(1175)の原料組成(1177)の原料組成(1179)の原料組成(1181)の原料組成(1183)の原料組成(1185)の原料組成(1187)の原料組成(1189)の原料組成(1191)の原料組成(1193)の原料組成(1195)の原料組成(1197)の原料組成(1199)の原料組成(1201)の原料組成(1203)の原料組成(1205)の原料組成(1207)の原料組成(1209)の原料組成(1211)の原料組成(1213)の原料組成(1215)の原料組成(1217)の原料組成(1219)の原料組成(1221)の原料組成(1223)の原料組成(1225)の原料組成(1227)の原料組成(1229)の原料組成(1231)の原料組成(1233)の原料組成(1235)の原料組成(1237)の原料組成(1239)の原料組成(1241)の原料組成(1243)の原料組成(1245)の原料組成(1247)の原料組成(1249)の原料組成(1251)の原料組成(1253)の原料組成(1255)の原料組成(1257)の原料組成(1259)の原料組成(1261)の原料組成(1263)の原料組成(1265)の原料組成(1267)の原料組成(1269)の原料組成(1271)の原料組成(1273)の原料組成(1275)の原料組成(1277)の原料組成(1279)の原料組成(1281)の原料組成(1283)の原料組成(1285)の原料組成(1287)の原料組成(1289)の原料組成(1291)の原料組成(1293)の原料組成(1295)の原料組成(1297)の原料組成(1299)の原料組成(1301)の原料組成(1303)の原料組成(1305)の原料組成(1307)の原料組成(1309)の原料組成(1311)の原料組成(1313)の原料組成(1315)の原料組成(1317)の原料組成(1319)の原料組成(1321)の原料組成(1323)の原料組成(1325)の原料組成(1327)の原料組成(1329)の原料組成(1331)の原料組成(1333)の原料組成(1335)の原料組成(1337)の原料組成(1339)の原料組成(1341)の原料組成(1343)の原料組成(1345)の原料組成(1347)の原料組成(1349)の原料組成(1351)の原料組成(1353)の原料組成(1355)の原料組成(1357)の原料組成(1359)の原料組成(1361)の原料組成(1363)の原料組成(1365)の原料組成(1367)の原料組成(1369)の原料組成(1371)の原料組成(1373)の原料組成(1375)の原料組成(1377)の原料組成(1379)の原料組成(1381)の原料組成(1383)の原料組成(1385)の原料組成(1387)の原料組成(1389)の原料組成(1391)の原料組成(1393)の原料組成(1395)の原料組成(1397)の原料組成(1399)の原料組成(1401)の原料組成(1403)の原料組成(1405)の原料組成(1407)の原料組成(1409)の原料組成(1411)の原料組成(1413)の原料組成(1415)の原料組成(1417)の原料組成(1419)の原料組成(1421)の原料組成(1423)の原料組成(1425)の原料組成(1427)の原料組成(1429)の原料組成(1431)の原料組成(1433)の原料組成(1435)の原料組成(1437)の原料組成(1439)の原料組成(1441)の原料組成(1443)の原料組成(1445)の原料組成(1447)の原料組成(1449)の原料組成(1451)の原料組成(1453)の原料組成(1455)の原料組成(1457)の原料組成(1459)の原料組成(1461)の原料組成(1463)の原料組成(1465)の原料組成(1467)の原料組成(1469)の原料組成(1471)の原料組成(1473)の原料組成(1475)の原料組成(1477)の原料組成(1479)の原料組成(1481)の原料組成(1483)の原料組成(1485)の原料組成(1487)の原料組成(1489)の原料組成(1491)の原料組成(1493)の原料組成(1495)の原料組成(1497)の原料組成(1499)の原料組成(1501)の原料組成(1503)の原料組成(1505)の原料組成(1507)の原料組成(1509)の原料組成(1511)の原料組成(1513)の原料組成(1515)の原料組成(1517)の原料組成(1519)の原料組成(1521)の原料組成(1523)の原料組成(1525)の原料組成(1527)の原料組成(1529)の原料組成(1531)の原料組成(1533)の原料組成(1535)の原料組成(1537)の原料組成(1539)の原料組成(1541)の原料組成(1543)の原料組成(1545)の原料組成(1547)の原料組成(1549)の原料組成(1551)の原料組成(1553)の原料組成(1555)の原料組成(1557)の原料組成(1559)の原料組成(1561)の原料組成(1563)の原料組成(1565)の原料組成(1567)の原料組成(1569)の原料組成(1571)の原料組成(1573)の原料組成(1575)の原料組成(1577)の原料組成(1579)の原料組成(1581)の原料組成(1583)の原料組成(1585)の原料組成(1587)の原料組成(1589)の原料組成(1591)の原料組成(1593)の原料組成(1595)の原料組成(1597)の原料組成(1599)の原料組成(1601)の原料組成(1603)の原料組成(1605)の原料組成(1607)の原料組成(1609)の原料組成(1611)の原料組成(1613)の原料組成(1615)の原料組成(1617)の原料組成(1619)の原料組成(1621)の原料組成(1623)の原料組成(1625)の原料組成(1627)の原料組成(1629)の原料組成(1631)の原料組成(1633)の原料組成(1635)の原料組成(1637)の原料組成(1639)の原料組成(1641)の原料組成(1643)の原料組成(1645)の原料組成(1647)の原料組成(1649)の原料組成(1651)の原料組成(1653)の原料組成(1655)の原料組成(1657)の原料組成(1659)の原料組成(1661)の原料組成(1663)の原料組成(1665)の原料組成(1667)の原料組成(1669)の原料組成(1671)の原料組成(1673)の原料組成(1675)の原料組成(1677)の原料組成(1679)の原料組成(1681)の原料組成(1683)の原料組成(1685)の原料組成(1687)の原料組成(1689)の原料組成(1691)の原料組成(1693)の原料組成(1695)の原料組成(1697)の原料組成(1699)の原料組成(1701)の原料組成(1703)の原料組成(1705)の原料組成(1707)の原料組成(1709)の原料組成(1711)の原料組成(1713)の原料組成(1715)の原料組成(1717)の原料組成(1719)の原料組成(1721)の原料組成(1723)の原料組成(1725)の原料組成(1727)の原料組成(1729)の原料組成(1731)の原料組成(1733)の原料組成(1735)の原料組成(1737)の原料組成(1739)の原料組成(1741)の原料組成(1743)の原料組成(1745)の原料組成(1747)の原料組成(1749)の原料組成(1751)の原料組成(1753)の原料組成(1755)の原料組成(1757)の原料組成(1759)の原料組成(1761)の原料組成(1763)の原料組成(1765)の原料組成(1767)の原料組成(1769)の原料組成(1771)の原料組成(1773)の原料組成(1775)の原料組成(1777)の原料組成(1779)の原料組成(1781)の原料組成(1783)の原料組成(1785)の原料組成(1787)の原料組成(1789)の原料組成(1791)の原料組成(1793)の原料組成(1795)の原料組成(1797)の原料組成(1799)の原料組成(1801)の原料組成(1803)の原料組成(1805)の原料組成(1807)の原料組成(1809)の原料組成(1811)の原料組成(1813)の原料組成(1815)の原料組成(1817)の原料組成(1819)の原料組成(1821)の原料組成(1823)の原料組成(1825)の原料組成(1827)の原料組成(1829)の原料組成(1831)の原料組成(1833)の原料組成(1835)の原料組成(1837)の原料組成(1839)の原料組成(1841)の原料組成(1843)の原料組成(1845)の原料組成(1847)の原料組成(1849)の原料組成(1851)の原料組成(1853)の原料組成(1855)の原料組成(1857)の原料組成(1859)の原料組成(1861)の原料組成(1863)の原料組成(1865)の原料組成(1867)の原料組成(1869)の原料組成(1871)の原料組成(1873)の原料組成(1875)の原料組成(1877)の原料組成(1879)の原料組成(1881)の原料組成(1883)の原料組成(1885)の原料組成(1887)の原料組成(1889)の原料組成(1891)の原料組成(1893)の原料組成(1895)の原料組成(1897)の原料組成(1899)の原料組成(1901)の原料組成(1903)の原料組成(1905)の原料組成(1907)の原料組成(1909)の原料組成(1911)の原料組成(1913)の原料組成(1915)の原料組成(1917)の原料組成(1919)の原料組成(1921)の原料組成(1923)の原料組成(1925)の原料組成(1927)の原料組成(1929)の原料組成(1931)の原料組成(1933)の原料組成(1935)の原料組成(1937)の原料組成(1939)の原料組成(1941)の原料組成(1943)の原料組成(1945)の原料組成(1947)の原料組成(1949)の原料組成(1951)の原料組成(1953)の原料組成(1955)の原料組成(1957)の原料組成(1959)の原料組成(1961)の原料組成(1963)の原料組成(1965)の原料組成(1967)の原料組成(1969)の原料組成(1971)の原料組成(1973)の原料組成(1975)の原料組成(1977)の原料組成(1979)の原料組成(1981)の原料組成(1983)の原料組成(1985)の原料組成(1987)の原料組成(1989)の原料組成(1991)の原料組成(1993)の原料組成(1995)の原料組成(1997)の原料組成(1999)の原料組成(2001)の原料組成(2003)の原料組成(2005)の原料組成(2007)の原料組成(2009)の原料組成(2011)の原料組成(2013)の原料組成(2015)の原料組成(2017)の原料組成(2019)の原料組成(2021)の原料組成(2023)の原料組成(2025)の原料組成(2027)の原料組成(2029)の原料組成(2031)の原料組成(2033)の原料組成(2035)の原料組成(2037)の原料組成(2039)の原料組成(2041)の原料組成(2043)の原料組成(2045)の原料組成(2047)の原料組成(2049)の原料組成(2051)の原料組成(2053)の原料組成(2055)の原料組成(2057)の原料組成(2059)の原料組成(2061)の原料組成(2063)の原料組成(2065)の原料組成(2067)の原料組成(2069)の原料組成(2071)の原料組成(2073)の原料組成(2075)の原料組成(2077)の原料組成(2079)の原料組成(2081)の原料組成(2083)の原料組成(2085)の原料組成(2087)の原料組成(2089)の原料組成(2091)の原料組成(2093)の原料組成(2095)の原料組成(2097)の原料組成(2099)の原料組成(2101)の原料組成(2103)の原料組成(2105)の原料組成(2107)の原料組成(2109)の原料組成(2111)の原料組成(2113)の原料組成(2115)の原料組成(2117)の原料組成(2119)の原料組成(2121)の原料組成(2123)の原料組成(2125)の原料組成(2127)の原料組成(2129)の原料組成(2131)の原料組成(2133)の原料組成(2135)の原料組成(2137)の原料組成(2139)の原料組成(2141)の原料組成(2143)の原料組成(2145)の原料組成(2147)の原料組成(2149)の原料組成(2151)の原料組成(2153)

Test No.	組成		花崗岩 試料	加熱時間 (分・秒)	温度 (℃)	點 位	形状	ノズル (mm)	ノズル間隔	ノズル (mm)	ノズル (mm)
	炭素 質	炭素 質									
1	Fe ± O <sub>2</sub> / Pb O		30	10' 10"	1010	0.75	ノズルA		0.10		
2	(1/2)			10' 30"	1050	"	"		0.10		
3				10' 20"	1010	"	"		0.20		
4				10' 20"	1030	"	"		0.30		
5				10' 30"	1000	"	"		0.50		
6				10' 20"	1010	"	"		0.70		
7				10' 10"	1040	"	"		0.55		
8	(1/1)			11' 10"	1510	1550	"	"			

- 20 -

Test No.	組成			添加剤 種類	添加剤 割合 (%)	成形温度 (℃)	成形時間 (分)	試験方法
	(モル比)	(g)	(g・分)					
17	$\text{Fe} \cdot \text{O}_2 / \text{PbO}$ (2/1)	30	17・30'	1520	1350	200	20	0.05
18	"	"	17・20'	1450	"	"	"	"
19	(2/3)	"	17・10'	1450	"	"	"	"
20	"	"	10・40'	1510	"	"	"	"
21	(1/2)	"	9・10'	920	815	"	"	"
22	"	"	10・10'	1060	"	"	"	"
23	"	"	9・20'	1010	"	"	"	"

- 22 -

[illegible]

- 19 -

Test No.	組成			添加物 (%)	乾燥條件 (℃)	膨脹係數 (mm) /in.厚	吸水率 (%)	吸水率 (%)
	炭素 (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / PbO (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / PbO (%)					
10	"	"	"	10 <sup>50</sup>	1400	"	"	"
11	"	"	"	10 <sup>40</sup>	1400	"	"	"
12	"	"	"	11 <sup>20</sup>	1500	"	"	"
13	"	"	"	10 <sup>40</sup>	1470	"	"	"
14	"	"	"	11 <sup>10</sup>	1450	"	"	"
15	"	"	"	10 <sup>50</sup>	1490	"	"	"
16	"	"	"	11 <sup>10</sup>	1510	"	"	"

(27) 1 10

- 27 -

電話 60-127242(5)

100%のものが増え、 $0.25 \leq x < 0.30$ 及び $0.70 \leq x \leq 0.75$ の範囲ではそれぞれFe、O、炭素及びPb-O炭素の含有率がほぼ等しい。炭素と鉛の含有率をほぼ等しい組成を有する化合物が増え、 $x < 0.25$ 及び $0.75 < x$ の場合は炭素を、 $x < 0.25$ 及び $0.75 < x$ の場合は炭素を、第三成分としてCo、Ni、Mn、Zn及びBaの酸化物の含有率が増える。第3図に炭素及び鉛の含有率を軸とした組成図を示す。

使用する量内樹脂の量や用口一んの潤滑度、  
5g/秒～35g/秒の範囲内では、各組成に  
おいて得られる材料の剛性自体には大きな変化は  
認められない。

本研究所の定規による結晶熱測定法は、上述の如くして行われた ( $F_0, O_0$ )  $\rightarrow$   $x = (PbO)_x$  (但し  $0.25 \leq x \leq 0.75$ ) の組成の結晶系熱測定値を台材料を成分分析に供してその組成範囲 (x) を求めた事、或は台材料を析出温度 (T<sub>0</sub>) を受けた事、或は台材料を析出温度以下の温度で所定時間退火することにより

- 18 -

3. 390°C×10分：硬質試料
4. 390°C×30分：配位性多結晶体
5. 390°C×60分：多結晶体

以下実地視により本発明の特長とするところを  
り一圖明らかにする。

總編者

$\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、(濃度99.9%)及び $\text{PbO}$ 。(濃度99.9%)又は更に $\text{CO}_2$ 。(濃度99.9%)又は $\text{NiO}$ 。(濃度99.9%)を原料の組成で配合し、焼—に配合した後、650℃、30分間焼製して組成調整をした。得られた組成調整系を各サブ—(直径10mm×長さ10mm)に充填し、高真空炉内に設置して、炉温を約13V、調製圧10KV、炉子直径120—50mm、電流1.2—2.8Aの条件下で1500℃に加熱した。配平を調整した。

- 18 -

[illegible]

本研究所の第一級炭素化合物は、その原料炭素化合物により化合物の電子配列状態が大きく変じ、炭素の配列には以下の如くに大別される。又、  
 $(Fe_3O_4)_{1-x} \cdot (PbO)_x$  において  
 $0.30 \leq x \leq 0.70$  の場合には炭素化合物

- 15 -

けられる。例、結晶と無定形以下において、結晶の融解熱が長くなる場合には、結晶化性の無定形体となるので、この点に於ける融解熱も相違である。例えて、 $(F_{90}, O_{10})_{1-x} \cdot (P_{90}, O_{10})_x$  において  $x = 0.67$  の結晶—無定形融解熱の差は、 $3.77^\circ$  であり、これは大抵他の結晶と無定形は、 $3.77^\circ$  であり、これは大抵中で融解すると、各社によつて下位の図の相違は生ずる。

1.  $3.75^\circ\text{C} \times 10$ 分：反応性多結晶体
2.  $3.75^\circ\text{C} \times 30$ 分：多結晶体
3.  $3.60^\circ\text{C} \times 10$ 分：結晶質体
4.  $3.60^\circ\text{C} \times 30$ 分：反応性多結晶体
5.  $3.60^\circ\text{C} \times 60$ 分：多結晶体

更に、 $(\text{Fe}, \text{O})_{1-x-y} \cdot (\text{PbO})_x \cdot (\text{NiO})_y$  において、 $x=0.85$ 、 $y=0.03$ の組成の鉄質系多結晶体試料の結晶と非晶は、416°Cであり、これ大気中で長時間露置すると、非晶化によつて下記の組成比が得られる。

1.  $4.15^\circ\text{C} \times 10$ 分：多結晶体
2.  $4.15^\circ\text{C} \times 30$ 分：多結晶体

- 17 -

—275—

-276-

-277-

Test No.	試料の形状	試料の寸法 (mm)	試験温度 (°C)	試験速度 (mm/min)	試験時間 (分)	試験方法	試験結果
24	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
25	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
26	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
27	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
28	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
29	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5

第 1 表 (続き)

-278-

Test No.	試料の形状	試料の寸法 (mm)	試験温度 (°C)	試験速度 (mm/min)	試験時間 (分)	試験方法	試験結果
1	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
2	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
3	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
4	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
5	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
6	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
7	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
8	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5

第 2 表

-279-

Test No.	試料の形状	試料の寸法 (mm)	試験温度 (°C)	試験速度 (mm/min)	試験時間 (分)	試験方法	試験結果
29	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
30	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
31	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
32	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5

第 1 表 (続き)

-280-

Test No.	試料の形状	試料の寸法 (mm)	試験温度 (°C)	試験速度 (mm/min)	試験時間 (分)	試験方法	試験結果
9	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
10	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
11	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
12	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
13	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
14	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
15	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
16	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5

第 2 表 (続き)

試験番号60-127242(7)

Test No.	試料の形状	試料の寸法 (mm)	試験温度 (°C)	試験速度 (mm/min)	試験時間 (分)	試験方法	試験結果
17	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
18	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
19	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
20	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
21	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
22	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
23	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5

第 2 表 (続き)

-281-

Test No.	試料の形状	試料の寸法 (mm)	試験温度 (°C)	試験速度 (mm/min)	試験時間 (分)	試験方法	試験結果
30	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
31	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
32	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5

第 2 表 (続き)

-282-

Test No.	試料の形状	試料の寸法 (mm)	試験温度 (°C)	試験速度 (mm/min)	試験時間 (分)	試験方法	試験結果
24	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub> /P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.5
25	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
26	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
27	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
28	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5
29	Fe-O <sub>2</sub>	10.0	40	0.5	10	Fe-O <sub>2</sub>	0.5

第 2 表 (続き)

試験番号60-127242(8)

-283-

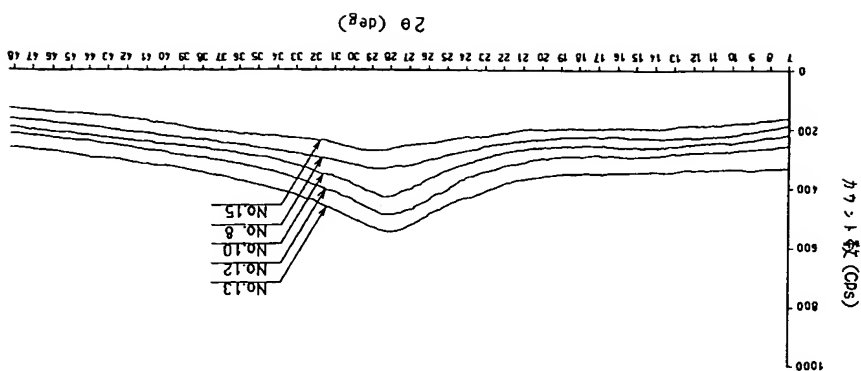
試験 2  
試験 1 の試料 No. 5 及び No. 30 を空気中 360 度 30 分間加熱した後、X 線回折を行なったところ、回折角 (2θ) は 1 本の鋭い回折ピークを示し、結晶質状態から非晶質状態への転移が確認された。

試験 1  
(Fe-O<sub>2</sub>)<sub>1-x</sub> · (PbO)<sub>x</sub> において x = 0.50 に相当する上記試験 1 の試料 No. 8, 10, 12, 13 及び 15 についての X 線回折強度を測定した。測定用ローラの測定位置は、測定位置 4 に示す。測定用ローラの測定位置 (No. 15) の範囲内で得られた試料の強度は、測定位置 4 に示す。測定位置 4 に示す測定位置は、大きな変化がないことが確認された。

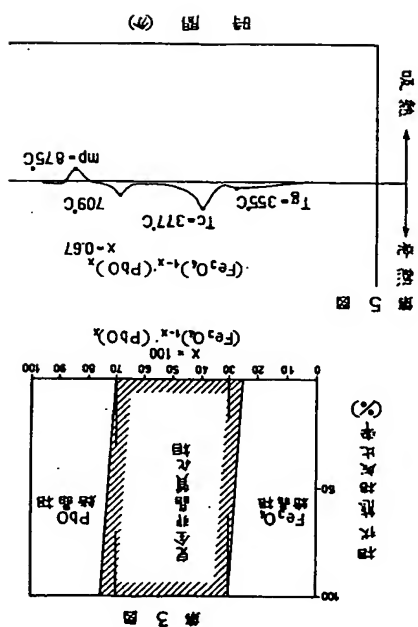
試験 2  
(Fe-O<sub>2</sub>)<sub>1-x</sub> · (PbO)<sub>x</sub> において x = 0.67 に相当する上記試験 1 の試料 No. 7 の X 線回折強度を測定した。測定位置 4 に示す測定位置は、測定位置 4 に示す。測定位置 4 に示す測定位置は、大きな変化がないことが確認された。

-30-

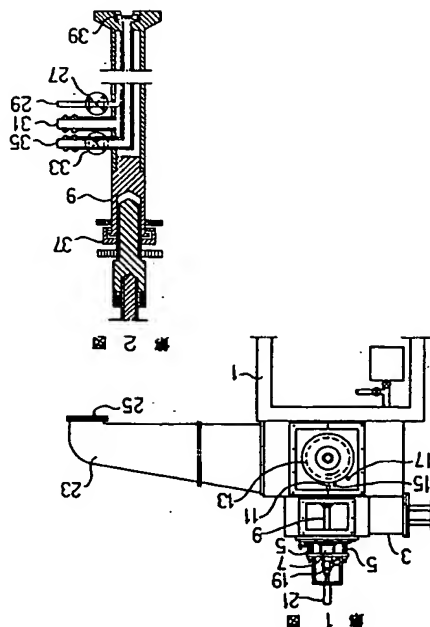




第4図

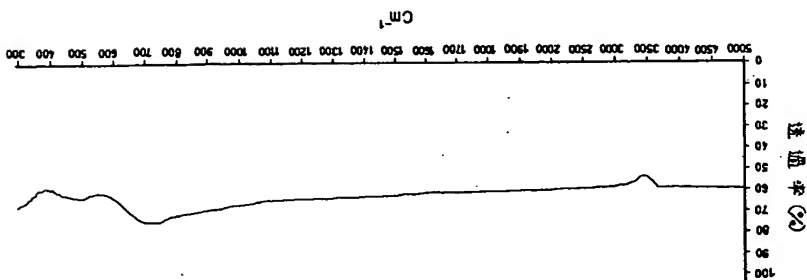


第3図



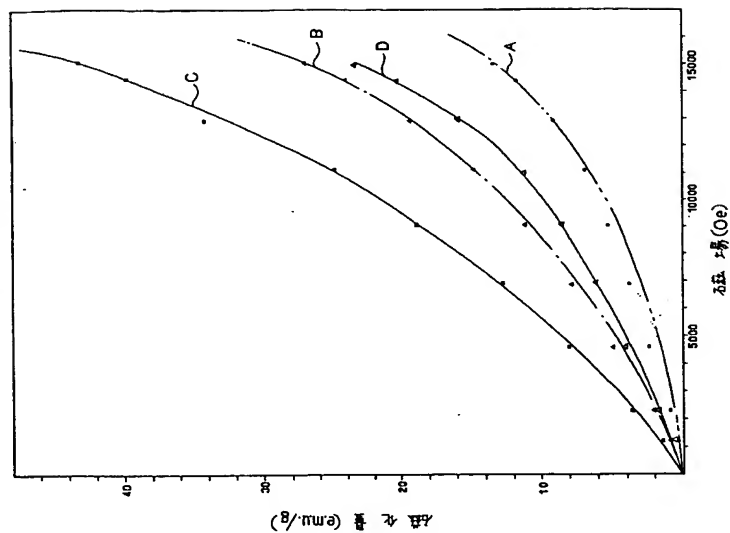
第2図

第1図

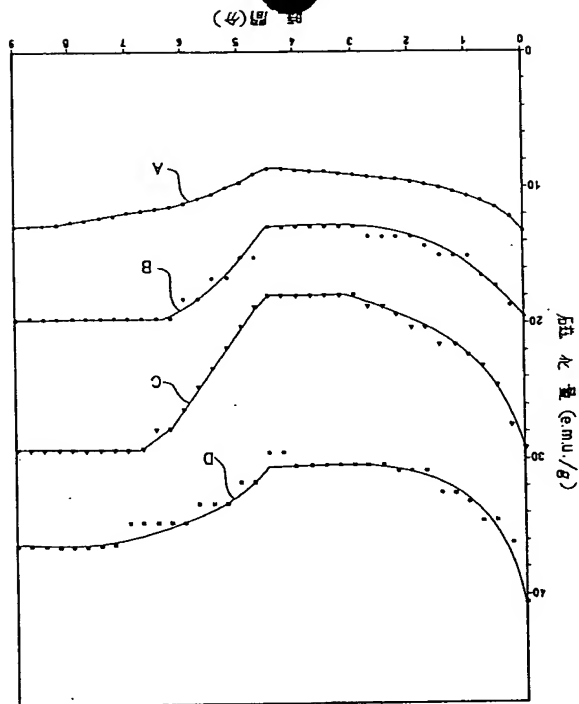


第 6 图

第 7 图

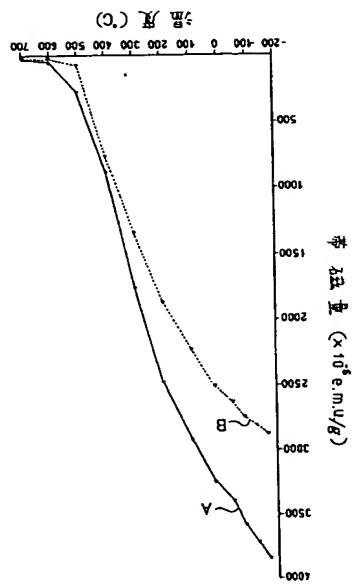
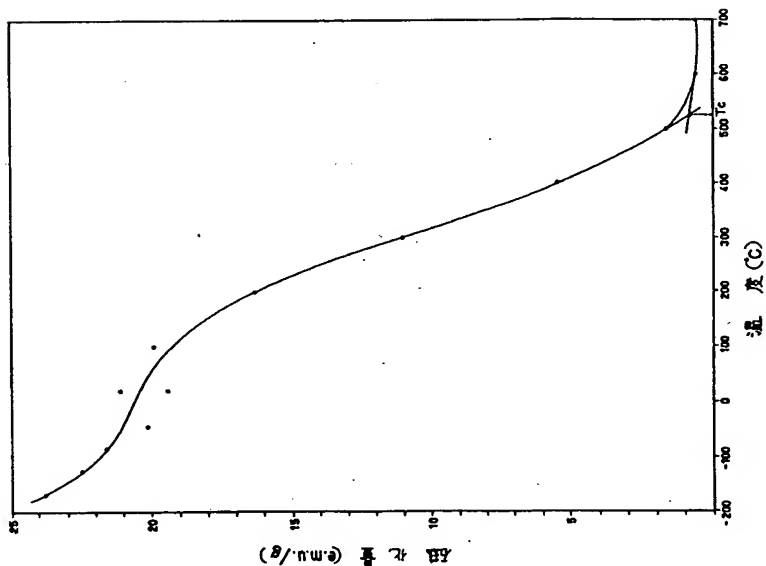






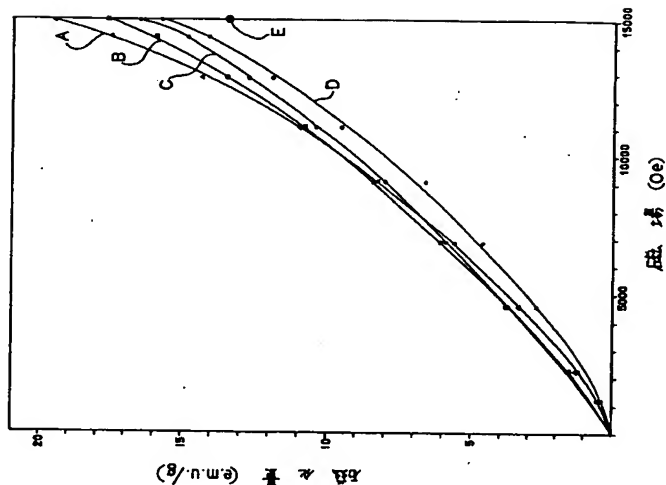
第 10 図

第 8 図

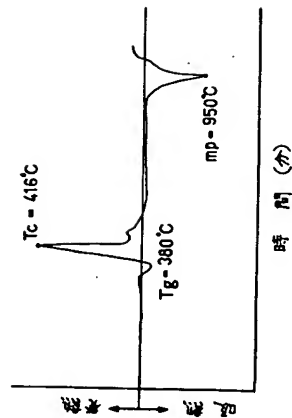


第 9 図

第 11 図



第 12 図



第 1 頁の続き

①Int. Cl.	機別記号	社内整理番号
G 01 J 5/02		7145-2C
G 01 N 27/12		6928-2C
G 02 B 6/12		8106-2H
G 02 F 1/01		A-7448-2H
G 03 C 1/72		8205-2H
H 01 B 3/12		6794-5E
H 01 F 1/11		7354-5E
H 01 F 10/20		7354-5E

④発明者 増田 修 二 徳島県板根郡北島町江尻字宮ノ本27-8

④発明者 増田 進 啓 徳島県板根郡徳住町東中蔵字東江傍示86 東中蔵団地F 8

④発明者 大久保 英 香 徳島市佐古六番町3番20号

④発明者 渡井 久 男 仙台市八木山開5-1-13 コーポ松苑203号